

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/001937

International filing date: 09 February 2005 (09.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-032670  
Filing date: 09 February 2004 (09.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 07 April 2005 (07.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

14.02.2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

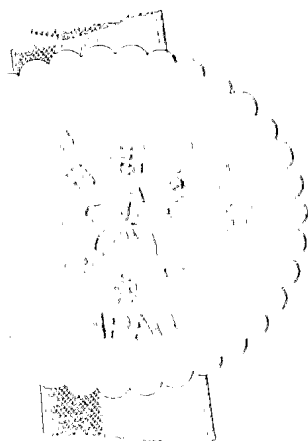
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 4 年   2 月   9 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 4 - 0 3 2 6 7 0  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 4 - 0 3 2 6 7 0 ]

出      願      人            コマツ電子金属株式会社  
Applicant(s):

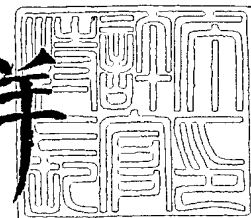


2 0 0 5 年   3 月 2 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川

洋



【書類名】 特許願  
【整理番号】 AP030050  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C30B 15/14  
C30B 15/00  
C30B 15/10

【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内  
【氏名】 稲垣 宏

【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内  
【氏名】 柴田 昌弘

【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内  
【氏名】 川島 茂樹

【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮三丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社 平塚工場内  
【氏名】 福田 信幸

【特許出願人】  
【識別番号】 000184713  
【氏名又は名称】 コマツ電子金属株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100071054  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 木村 高久

【代理人】  
【識別番号】 100106068  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 小幡 義之

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 006460  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

るつば内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記加熱手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする単結晶半導体の製造装置。

**【請求項 2】**

るつば内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、

るつばに対する加熱量が独立して調整される複数の調整手段が設けられ、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記複数の調整手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする単結晶半導体の製造装置。

**【請求項 3】**

種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

を特徴とする請求項 1 または 2 記載の単結晶半導体の製造装置。

**【請求項 4】**

前記複数の調整手段のうち、少なくとも、るつばの底部側の加熱手段については、種結晶が融液に着液する際の加熱量と、単結晶半導体の引き上げ中の加熱量とが、不変ないしはほぼ不変であること

を特徴とする請求項 2 記載の単結晶半導体の製造装置。

**【請求項 5】**

るつば内の融液を加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を加熱するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする単結晶半導体の製造方法。

**【請求項 6】**

種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

を特徴とする請求項 5 記載の単結晶半導体の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】単結晶半導体の製造装置および製造方法

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、C Z 法（チョクラルスキー法）を用いて単結晶シリコンなどの単結晶半導体を製造するに際して、大口径、大重量の単結晶半導体を実転位で製造することができる装置および方法に関するものである。

【背景技術】

【0 0 0 2】

単結晶シリコンの製造方法の 1 つに C Z 法がある。

【0 0 0 3】

C Z 法で単結晶シリコンを成長させる際に避けられない問題の 1 つに、種結晶が融液に着液する際に種結晶の固液界面部分に発生する「転位」がある。この転位は、種結晶が融液に着液したとき種結晶内に誘起される熱応力に起因して発生する。

【0 0 0 4】

この転位を結晶の外に抜くためには、結晶直径を 3 ～ 4 mm まで細く絞る、いわゆるダッシュネックが必要である。図 7 に、結晶直径が 3 ～ 4 mm のダッシュネック部 2 1 を形成して転位を結晶の外に抜いた様子を図示する。

【0 0 0 5】

ところが近年、直径 3 0 0 mm 以上の大径のシリコンウェーハ製造の要請があり、大径で大重量の単結晶シリコンインゴットを、問題なく引き上げられることが要求されており、ネック処理によってネック部の径を 3 ～ 4 mm 程度に細く絞ったとすると、転位は除去されるものの径が細すぎて大径、大重量の単結晶シリコンインゴットを結晶落下等の不具合なく製造することは不可能になるおそれがある。

【0 0 0 6】

（従来技術 1）

後掲する特許文献 1 には、高濃度に不純物としてボロン B が添加されたシリコン種結晶を用いて、大径、大重量の単結晶シリコンインゴットを、ネック処理を行わずに無転位の状態で引き上げるという発明が記載されている。

【0 0 0 7】

しかし、種結晶に導入される転位を抑制させるパラメータは、種結晶に添加される不純物（ボロン B）の濃度のみではない。

【特許文献 1】特開 2 0 0 1 - 2 4 0 4 9 3 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 8】

本発明は、種結晶に導入される転位を抑制させるパラメータを新たに見だし、更に、ネック処理を行わずに無転位化の状態で引き上げることを、容易に行えるようにすることを解決課題とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 9】

第 1 発明は、

るつぼ内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げるにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記加熱手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする。

【0 0 1 0】

第2発明は、

るつば内の融液を加熱手段によって加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造装置において、

るつばの外側に、当該るつばに対する加熱量が独立して調整される複数の調整手段が設けられ、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を前記複数の調整手段で調整するとともに、融液に磁場を印加すること

を特徴とする。

【0011】

第3発明は、第1発明または第2発明において、

種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

を特徴とする。

【0012】

第4発明は、第2発明において、

前記複数の調整手段のうち、少なくとも、るつばの底部側の加熱手段については、種結晶が融液に着液する際の加熱量と、単結晶半導体の引き上げ中の加熱量とが、不変ないしはほぼ不変であること

を特徴とする。

【0013】

第5発明は、

るつば内の融液を加熱し、不純物が添加された種結晶を融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、

種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、種結晶中に転位が導入されない許容温度差以下になるように、融液を加熱するとともに、融液に磁場を印加することを特徴とする。

【0014】

第6発明は、第5発明において、

種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差が求められること

を特徴とする。

【0015】

第2発明、第4発明では、たとえば不純物ボロンBが、 $5 \times 10^{18}$  atoms/cc添加された直径7 mmのシリコン種結晶14が用いられる。図3に示すように、種結晶14に添加される不純物濃度Cと、種結晶14のサイズ（直径D）とに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差 $\Delta T_c$ が求められる（許容温度差 $\Delta T_c$ は $100^\circ\text{C}$ ）。

【0016】

種結晶14が融液5に着液する際に、ボトムヒータ19に投入される電力が35 Kwに固定され、磁石20によって磁場強度3000 (Gauss)の磁場（横磁場）が融液5に印加される。そして、融液5のうち種結晶14が着液する着液面が、目標温度（たとえば $1340^\circ\text{C}$ ）となるように、メインヒータ9に投入される電力が、クローズドループの制御系で制御される。このためボトムヒータ19への投入電力(Kw)、メインヒータ9への投入電力(Kw)はそれぞれ、35 (Kw)、112 (Kw)になり（図4のテスト(4)）、着液時の種結晶14と融液5との温度差 $\Delta T$ が、この許容温度差 $\Delta T_c$  ( $100^\circ\text{C}$ )以下の値 ( $92.2^\circ\text{C}$ )になる。この結果、種結晶14中への転位の導入が抑制される。

【0017】

そして、種結晶14が融液5に着液後は、ネッキング処理を行うことなく、単結晶シリ

コンが引き上げられる。

#### 【0018】

種結晶着液後、単結晶シリコンの引き上げ中も引き続き、ボトムヒータ19への投入電力(Kw)が、着液時と同じ電力35(Kw)に維持したまま融液5の温度が目標温度となるように、メインヒータ9に投入される電力が制御される。融液5に対しては、引き続き同じ磁場強度3000(Gauss)の磁場が印加される。

#### 【0019】

この結果、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンが育成される。

#### 【0020】

以上のように、本発明は、種結晶の不純物濃度以外に、種結晶に導入される転位を抑制させるパラメータを新たに見いだした。そして、これにより、ネッキング処理を行わずに無転位化の状態で引き上げられることを、更に、容易に行えることができるようになった。

#### 【0021】

すなわち、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力が不変ないしはほぼ不変のままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、ヒータの調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。また、本発明によれば、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力が一定レベル以上の高い値(35Kw)に維持されたままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、種結晶着液後にボトムヒータ19に投入される電力を上昇させることで引き上げられる単結晶シリコンの直径が大きく変化することを回避することができる。

#### 【0022】

第1発明、第3発明、第5発明、第6発明では、加熱手段の概念に、加熱手段が複数ではない単一の加熱手段のものも含まれる。

#### 【0023】

本発明によれば、種結晶着液の際とその後で(単一の)ヒータへの投入電力が不変ないしはほぼ不変のままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、ヒータの調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。

#### 【0024】

なお、本発明によれば、ダッシュネックは不要となるため、種結晶を融液に着液した後は、直ぐに直径を次第に拡大させながら引き上げる、いわゆる肩工程に移行してもよいし、図8に示すように、着液後に概ね一定直径で結晶成長部22(例えば長さ約50mm)の引上げを実施し、融液温度が適正であることを確認した後に肩工程に移行してもよい。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0025】

以下図面を参照して実施形態の装置について説明する。

#### 【0026】

図1は実施形態の構成を側面からみた図である。

#### 【0027】

同図1に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置1は、単結晶引上げ用容器としてのCZ炉(チャンバ)2を備えている。図1の単結晶引上げ装置1は、大径(たとえば直径300mm)、大重量の単結晶シリコンインゴットを製造するに好適な装置である。

#### 【0028】

CZ炉2内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液5として収容する石英るつぼ3が設けられている。なお、直径300mmの単結晶シリコンを引き上げるためには、300kg程度の多結晶シリコンが石英るつぼ3内にチャージされる。石英るつぼ3は、その外側が黒鉛るつぼ11によって覆われている。石英るつぼ3の外側にあつて側方には、石英るつぼ3内の多結晶シリコン原料を加熱して溶融する、円筒形状のメインヒータ9が設けられている。石英るつぼ3の底部には、石英るつぼ底面を補助的に加熱して、石英るつぼ3の底部の融液5の固化を防止する、円環形状のボトムヒータ19が設けられている。

メインヒータ 9、ボトムヒータ 19 はそれらの出力（パワー；kW）は独立して制御され、融液 5 に対する加熱量が独立して調整される。たとえば、融液 5 の温度が検出され、検出温度をフィードバック量とし融液 5 の温度が目標温度になるように、メインヒータ 9、ボトムヒータ 19 の各出力が制御される。

#### 【0029】

なお実施形態ではヒータ 9、19 によって融液 5 を外部より加熱しているが、加熱手段としてはヒータに限定されるものではなく、いかなる加熱手段を使用してもよい。たとえば電磁加熱による方法、レーザー照射による加熱を採用してもよい。

#### 【0030】

メインヒータ 9 と C Z 炉 2 の内壁との間には、保温筒 13 が設けられている。

#### 【0031】

石英るつぼ 3 の上方には引上げ機構 4 が設けられている。引上げ機構 4 は、引上げ軸 4 a と引上げ軸 4 a の先端のシードチャック 4 c を含む。シードチャック 4 c によって種結晶 14 が把持される。ここで、引上げ軸 4 a は、たとえばシャフトやワイヤであり、シャフトでの引上げやワイヤでの巻き上げが行われる。

#### 【0032】

石英るつぼ 3 内で多結晶シリコン（Si）が加熱され溶融される。融液 5 の温度が安定化すると、引上げ機構 4 が動作し融液 5 から単結晶シリコン（単結晶シリコンインゴット）が引き上げられる。すなわち引上げ軸 4 a が降下され引上げ軸 4 a の先端のシードチャック 4 c に把持された種結晶 14 が融液 5 に浸漬される。種結晶 14 を融液 5 になじませた後引上げ軸 4 a が上昇する。シードチャック 4 c に把持された種結晶 14 が上昇するに依りて単結晶シリコンが成長する。引上げの際、石英るつぼ 3 は回転軸 10 によって回転速度  $\omega 1$  で回転する。また引上げ機構 4 の引上げ軸 4 a は回転軸 10 と逆方向にあるいは同方向に回転速度  $\omega 2$  で回転する。

#### 【0033】

また回転軸 10 は鉛直方向に駆動することができ、石英るつぼ 3 を上下動させ任意の位置に移動させることができる。

#### 【0034】

C Z 炉 2 内と外気を遮断することで炉 2 内は真空（たとえば 20 Torr 程度）に維持される。すなわち C Z 炉 2 には不活性ガスとしてのアルゴンガス 7 が供給され、C Z 炉 2 の排気口からポンプによって排気される。これにより炉 2 内は所定の圧力に減圧される。

#### 【0035】

単結晶引上げのプロセス（1 バッチ）の間で、C Z 炉 2 内には種々の蒸発物が発生する。そこで C Z 炉 2 にアルゴンガス 7 を供給して C Z 炉 2 外に蒸発物とともに排気して C Z 炉 2 内から蒸発物を除去しクリーンにしている。アルゴンガス 7 の供給流量は 1 バッチ中の各工程ごとに設定する。

#### 【0036】

単結晶シリコンの引上げに伴い融液 5 が減少する。融液 5 の減少に伴い融液 5 と石英るつぼ 3 との接触面積が変化し石英るつぼ 3 からの酸素溶解量が変化する。この変化が、引き上げられる単結晶シリコン中の酸素濃度分布に影響を与える。そこで、これを防止するために、融液 5 が減少した石英るつぼ 3 内に多結晶シリコン原料または単結晶シリコン原料を引上げ後あるいは引上げ中に追加供給してもよい。

#### 【0037】

石英るつぼ 3 の上方にあって、単結晶シリコンの周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽板 8（ガス整流筒）が設けられている。熱遮蔽板 8 は、保温筒 13 に支持されている。熱遮蔽板 8 は、C Z 炉 2 内に上方より供給されるキャリアガスとしてのアルゴンガス 7 を、融液表面 5 a の中央に導き、さらに融液表面 5 a を通過させて融液表面 5 a の周縁部に導く。そして、アルゴンガス 7 は、融液 5 から蒸発したガスとともに、C Z 炉 2 の下部に設けた排気口から排出される。このため液面上のガス流速を安定化することができ、融液 5 から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。



## 【0038】

また熱遮蔽板 8 は、種結晶 14 および種結晶 14 により成長される単結晶シリコンを、石英るつぼ 3、融液 5、メインヒータ 9 などの高温部で発生する輻射熱から、断熱、遮蔽する。また熱遮蔽板 8 は、単結晶シリコンに、炉内で発生した不純物（たとえばシリコン酸化物）等が付着して、単結晶育成を阻害することを防止する。熱遮蔽板 8 の下端と融液表面 5 a との間隙のギャップ G の大きさは、回転軸 10 を上昇下降させ、石英るつぼ 3 の上下方向位置を変化させることで調整することができる。また熱遮蔽板 8 を昇降装置により上下方向に移動させてギャップ G を調整してもよい。

## 【0039】

CZ 炉 2 の外側にあつて周囲には、石英るつぼ 3 内の融液 5 に磁場（横磁場）を印加する磁石 20 が設けられている。

## 【0040】

図 2 は、種結晶 14 が融液 5 に着液する際の種結晶 14 の先端面と融液 5（着液面）との温度差  $\Delta T$ （°C）と、種結晶 14 中の最高分解せん断応力  $MRSS$ （MPa）との関係を示している。ここで種結晶 14 中の最高分解せん断応力  $MRSS$ （MPa）とは、融液 5 への着液時に種結晶 14 に加わる熱応力の最高値であり、種結晶 14 中に熱ショックによる転位が導入される指標を示すものである。図 2 は、伝熱解析計算（FEMAG）により算出した温度差  $\Delta T$  と、応力解析（FEMAG）により算出した最高分解せん断応力  $MRSS$  をプロットしたものである。

## 【0041】

同図 2 に示すように、温度差  $\Delta T$  が小さくなるほど、種結晶 14 中の最高分解せん断応力  $MRSS$  が小さくなり、種結晶 14 中に熱ショックによる転位が導入されにくくなる。

## 【0042】

一方、本発明者らは、種結晶に添加される不純物濃度と、種結晶のサイズとに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差（熱応力）を予め求め、種結晶が融液に着液する際に、種結晶と融液との温度差が、その許容温度差以下になるように、るつぼの外側のヒータの出力を調整するという発明を既に特許出願している（特願 2002-204178 号）。この特願 2002-204178 号では、種結晶 14 に添加される不純物（たとえばボロン B）の濃度 C と、種結晶 14 のサイズ（直径 D）と、臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ；MPa）と、許容温度差  $\Delta T_c$  との関係を開示した。

## 【0043】

すなわち、図 3 は、種結晶 14 の直径 D（mm）を横軸にとり、着液する際の種結晶 14 の先端の温度と融液 5（着液面）の温度との許容温度差  $\Delta T_c$  を縦軸にとり、直径 D と許容温度差  $\Delta T_c$  の間の対応関係を特性 L1、L2、L3 にて示している。特性 L1、L2、L3 に示すように、種結晶直径 D と許容温度差  $\Delta T_c$  との間にはほぼ反比例の関係が成立する。つまり種結晶直径 D が大きくなるに伴い、着液時に種結晶 14 に印加される熱衝撃応力は大きくなり、それに応じて許容温度差  $\Delta T_c$  を小さくする必要がある。

## 【0044】

ここで許容温度差  $\Delta T_c$  とは、種結晶 14 中に転位が導入されない上限の温度差のことである。

## 【0045】

特性 L1、L2、L3 は、種結晶 14 の機械的強度の指標の一つである臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ；MPa）の大きさの違いを示している。臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ）とは、この応力を超えると種結晶 14 に転位が導入される臨界的な応力のことである。図中で特性 L1 が臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ）が最も小さく（5 MPa）、特性 L2 が特性 L1 よりも臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ）が大きく（10 MPa）、特性 L3 が臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ）が最も大きい（15 MPa）。

## 【0046】

臨界分解せん断応力（ $CRSS$ ）は、種結晶 14 に添加される不純物の種類、濃度 C によって変化する。本実施形態では不純物の種類としてボロン B を想定している。

## 【0047】

種結晶 14 に添加される不純物の濃度  $C$  が高くなるに応じて臨界分解せん断応力 ( $CRSS$ ) が大きくなる。種結晶 14 に添加される不純物の濃度  $C$  が  $C_1$ 、 $C_2$ 、 $C_3$  と高くなるに応じて特性が  $L_1$ 、 $L_2$ 、 $L_3$  と変化する。なお図 3 では不純物の濃度  $C$  が 3 種類の場合を代表して示しているが、不純物の濃度  $C$  が、より多段階に、また連続的に変化するに応じて、特性は多段階に、あるいは連続的に変化する。

## 【0048】

このため種結晶 14 の直径  $D$  がたとえば同じ値  $D'$  3 であれば不純物濃度  $C$  が  $C_1$ 、 $C_2$ 、 $C_3$  と高くなるに応じて  $L_1$ 、 $L_2$ 、 $L_3$  と変化するので、許容温度差  $\Delta T_c$  は大きくなる。また許容温度差  $\Delta T_c$  がたとえば同じ値  $\Delta T_{c0}$  であれば種結晶 14 の直径  $D$  が  $D_1$ 、 $D_2$ 、 $D_3$  と大きくなるに応じて  $L_1$ 、 $L_2$ 、 $L_3$  と変化するので、不純物濃度  $C$  を  $C_1$ 、 $C_2$ 、 $C_3$  と大きくすればよい。

## 【0049】

不純物の種類がボロン B の場合について説明したが、ボロン B 以外のゲルマニウム Ge、インジウム In 等の各種不純物を種結晶 14 に添加する場合にも同様の関係が成立し得る。

## 【0050】

したがって、種結晶 14 に所定の濃度  $C$  添加されており、種結晶 14 のサイズ (直径) が所定値  $D$  になっている場合の許容温度差  $\Delta T_c$  を、図 3 に示す特性  $L_1$ 、 $L_2$ 、 $L_3$  から、求めることができ、着液時の種結晶 14 と融液 5 との温度差  $\Delta T$  が、この許容温度差  $\Delta T_c$  以下になるように、各ヒータ 9、19 の電力を調整すれば、ネッキング処理を行うことなく種結晶 14 への転位の導入を防ぐことができる。

## 【0051】

不純物ボロン B が、 $5 \times 10^{18}$  atoms/cc 添加された直径 7 mm のシリコン種結晶 14 では、許容温度差  $\Delta T_c$  は  $100^\circ \text{C}$  となり、着液時の種結晶 14 と融液 5 との温度差  $\Delta T$  が、この許容温度差  $\Delta T_c$  ( $100^\circ \text{C}$ ) 以下になるように、各ヒータ 9、19 の電力を調整できれば、ネッキング処理を行うことなく、安定して無転位化が可能である。

## 【0052】

図 4 は、融液 5 に印加される磁場が、上記温度差  $\Delta T$  に与える影響を調べた実験結果を示している。実験では、不純物ボロン B が、 $5 \times 10^{18}$  atoms/cc 添加された直径 7 mm のシリコン種結晶 14 を用い (許容温度差  $\Delta T_c$  は  $100^\circ \text{C}$ )、シリコン種結晶 14 が融液 5 に着液する際のボトムヒータ 19 への投入電力 (Kw)、メインヒータ 9 への投入電力 (Kw) を種々変化させたテスト (1) ~ (6) を行い、磁石 20 によって磁場強度 3000 (Gauss) の磁場を融液 5 に印加した場合 (テスト (4) ~ (6)) と、磁場を印加しない場合 (テスト (1) ~ (3)) とで、シリコン種結晶 14 に転位が導入されるか否かを調べた。図 4 では、種結晶 14 中に転位が導入され単結晶シリコンが有転位化したものについては、×印を、種結晶 14 中に転位が導入されず単結晶シリコンが無転位化したものについては、○印を付している。実験では、300 kg の多結晶シリコンをチャージし、直径 300 mm の単結晶シリコンを引き上げた。また、実験では、ボトムヒータ 19 に投入される電力を各値 (0 Kw、10 Kw、35 Kw) に固定し、融液 5 のうち種結晶 14 が着液する着液面が、目標温度 (たとえば  $1340^\circ \text{C}$ ) となるように、メインヒータ 9 に投入される電力を、クローズドループの制御系で制御した。

## 【0053】

同図 4 に示すように、融液 5 に磁場を印加しない場合には (テスト (1) ~ (3))、ボトムヒータ 19 への投入電力を 0 (Kw) に、メインヒータ 9 への投入電力を 138 (Kw) に調整したテスト (3) のみが許容温度差  $\Delta T_c$  ( $100^\circ \text{C}$ ) 以下の温度差  $95.6^\circ \text{C}$  となっており、無転位化が確認されたが、それ以外のボトムヒータ 9 への投入電力を 0 Kw よりも高い値にした (10 Kw、35 Kw) テスト (1)、(2) については、許容温度差  $\Delta T_c$  を越えた温度差 ( $111.1^\circ \text{C}$ 、 $103.2^\circ \text{C}$ ) となっており、有転位化されることが確認された。

## 【0054】

これに対して、融液5に磁場を印加した場合には（テスト（4）～（6））、ボトムヒータ19、メインヒータ9への投入電力（投入電力比率）如何にかかわらず、許容温度差 $\Delta T_c$ （100°C）以下の温度差が得られ（92、2°C、82.5°C、78.5°C）が得られ、全てのテスト水準での無転位化が確認された。特に、ボトムヒータ9への投入電力を0Kwよりも高い値にした（10Kw、35Kw）テストでは、磁場を印加しない場合には有転位化されているのに対して、磁場を印加した場合には無転位化されるという差異が確認された。なお、図2には、図4で無転位化が実現されている点（○印）と、有転位化している点（×印）を、プロットして示している。

## 【0055】

以上のような、融液5に磁場を印加することによりヒータ投入電力如何にかかわらず無転位化が容易に実現される理由は、以下のように説明される。

## 【0056】

すなわち、融液5に磁場が印加されることにより、融液5内の対流が抑制される。このため融液5内で熱伝達が抑制され、融液5の図1中の横方向の温度差が大きくなり、融液5のうち種結晶14が着液する部分（着液面）の温度が低下する。これにより融液5の当該着液面の目標温度を維持するためにメインヒータ9への投入電力が上昇に転じる。メインヒータ9への投入電力が上昇すると輻射熱増大により種結晶14の温度が上昇し、種結晶14の温度が融液5（種結晶14よりも温度が高い）の温度に近づき、温度差 $\Delta T$ が縮小する。このため種結晶14中の最高分解せん断応力MRS（MPa）、つまり着液に伴う熱応力最大値が小さくなり、転位が、より導入されにくくなる。

## 【0057】

なお、融液5に印加される磁場の強度としては1500（Gauss）以上であることが望ましい。これは、磁場強度が1000から1500（Gauss）では、融液5中で温度変動が激しくなる不安定な部位が出現し、結晶の直径変動が生じるという不具合が生じるおそれがあり、1000（Gauss）以下では、対流抑制効果が小さいため、結晶直径の制御性が劣るからである。

## 【0058】

## （実施例1）

図4に示す実験結果に基づく実施例1について説明する。

## 【0059】

この実施例1では、不純物ボロンBが、5e18atoms/cc添加された直径7mmのシリコン種結晶14を用い（許容温度差 $\Delta T_c$ は100°C）、種結晶14が融液5に着液する際に、ボトムヒータ19に投入される電力を35Kwに固定し、磁石20によって磁場強度3000（Gauss）の磁場（横磁場）を融液5に印加した。そして、融液5のうち種結晶14が着液する着液面が、目標温度（たとえば1340°C）となるように、メインヒータ9に投入される電力を、クローズドループの制御系で制御した。このためボトムヒータ19への投入電力（Kw）、メインヒータ9への投入電力（Kw）はそれぞれ、図4に示すテスト（4）と同様に、35（Kw）、112（Kw）になり、着液時の種結晶14と融液5との温度差 $\Delta T$ が、この許容温度差 $\Delta T_c$ （100°C）以下の値（92.2°C）になり、種結晶14中への転位の導入が抑制された。

## 【0060】

そして、種結晶14が融液5に着液後は、ネッキング処理を行うことなく、単結晶シリコンを引き上げた。種結晶着液後、単結晶シリコンの引き上げ中も引き続き、ボトムヒータ19への投入電力（Kw）を、着液時と同じ電力35（Kw）に維持したまま融液5の温度が目標温度となるように、メインヒータ9に投入される電力を制御した。融液5に対しては、引き続き同じ磁場強度3000（Gauss）の磁場を印加した。つまり種結晶14が融液5に着液する際に印加される磁場の強さは、単結晶成長時に印加する磁場の強さと同じである。

## 【0061】

この結果、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを育成することができた。

#### 【0062】

本実施例により、ダッシュネックは不要となるため、種結晶を融液に着液した後は、直ぐに直径を次第に拡大させながら引き上げる、いわゆる肩工程に移行してもよいし、図8に示すように、着液後に概ね一定直径で結晶成長部22（例えば長さ約50mm）の引き上げを実施し、融液温度が適正であることを確認した後に肩工程に移行してもよい。結晶成長部22の直径（最小結晶径）は、4mm以上であることが望ましい。

#### 【0063】

本実施例によれば、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力を不変のまま、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、ヒータの調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。また、本実施例によれば、種結晶着液の際とその後でボトムヒータ19への投入電力が一定レベル以上の高い値（35Kw）に維持されたままで、引き上げられる単結晶シリコンの無転位化が実現されるため、種結晶着液後にボトムヒータ19に投入される電力を上昇させることで引き上げられる単結晶シリコンの直径が大きく変化することを回避することができる。

#### 【0064】

また、本実施例によれば、直胴部を形成する熱環境と同じ環境に近づけることができるので、直径の変動や有転位の発生を抑制でき、結晶引き上げを支える首部（結晶成長部の最初の部位）の径もねらいとする径より小さくなることもなく、強度不足による引き上げ困難となることが防止される。

#### 【0065】

なお、種結晶14が融液5に着液する際には、上述した昇降装置によって熱遮蔽板8を上昇させて、種結晶5に、より多くの輻射熱が加わるようにして、温度差 $\Delta T$ を、より縮小させてもよい。

#### 【0066】

また、種結晶14に添加される不純物の濃度と、融液5中の不純物の濃度との差を一定レベル以下にすることで、熱ショックによる転位のみならず、種結晶14と融液5との接合面での格子不整合による転位（ミスフィット転位）の導入を回避するようにすることが望ましい。

#### 【0067】

融液5側に添加する不純物種、不純物濃度は客先である半導体デバイスメーカーが指定するスペックで決まる。具体的には、不純物Bであれば、 $5 \times 10^{14} \sim 2 \times 10^{19}$  atoms/ccの範囲内の所定濃度、不純物Pであれば、 $1 \times 10^{14} \sim 8 \times 10^{18}$  atoms/ccの範囲内の所定濃度、不純物Sbであれば、 $2 \times 10^{17} \sim 1 \times 10^{19}$  atoms/ccの範囲内の所定濃度、不純物Asであれば、 $5 \times 10^{18} \sim 1 \times 10^{20}$  atoms/ccの範囲内の所定濃度である。

#### 【0068】

格子不整合による転位を抑制するには、種結晶14と単結晶シリコンとの接合部における格子不整合率が0.01%以下となるよう、融液5側の不純物種、不純物濃度に応じて、予め不純物種、添加濃度を調整した種結晶14を使用することが望ましい。

#### 【0069】

なお、本実施例では、種結晶14が融液5に着液する際に印加される磁場の強さを、単結晶成長時に印加する磁場の強さと同じとしているが、種結晶14が融液5に着液する際に印加される磁場の強さを、単結晶成長時に印加する磁場の強さよりも大きくしてもよい。

#### 【0070】

また、本実施例1では、直径7mmのシリコン種結晶14を用いた場合を想定して説明したが、直径4mm以上のシリコン種結晶であれば、同様にして、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを育成することができる。重量200kgを越す直径300mmの単結晶シリコンを引き上げるには、シリコン種結晶14の直径は、5mm以上

が望ましい。

【0071】

(実施例2)

また図1の単結晶引上げ装置1に代えて図5に示す単結晶引上げ装置1を使用してもよい。

【0072】

図5に示す装置では、ボトムヒータ19の配設が省略され、メインヒータ9が石英るつぼ3の上下方向に沿って、上下2段のヒータ9a、9bに分割されている。ヒータ9a、9bは、石英るつぼ3に対する加熱量、つまり出力を独立して調整することができる。実施形態装置では、ヒータ9を2段に分割しているが、3以上に分割してもよい。

【0073】

このような構成のマルチヒータであっても実施例1と同様に、融液5に磁場を印加すれば、ボトム側（下側）ヒータ9bへの投入電力を種結晶着液の際とその後で同じ一定レベル以上の高い値（35 Kw）に維持したままで、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを引き上げることができる。

【0074】

(実施例3)

上述した実施例では、単結晶引き上げ装置1にマルチヒータが備えられた場合を想定して説明した。しかし、単結晶引き上げ装置1にシングルヒータが備えられている場合にも、磁場を融液5に印加することで、同様に、容易に無転位化が実現される。

【0075】

すなわち図1において、ボトムヒータ19の配設が省略されたメインヒータ9のみのシングルヒータの構成とした場合においても、同様に、融液5に磁場を印加すれば、ヒータ9への投入電力を種結晶着液の際とその後で同じ値あるいはほぼ同じ値に維持したままで、ネッキング処理を行うことなく無転位で単結晶シリコンを引き上げることができる。このため、ヒータ調整作業が簡易なものとなり、オペレータにかかる負担が軽減される。

【0076】

上述した実施例では、不純物の種類がボロンBの場合について説明したが、ボロンB以外のガリウムGa、インジウムIn等の各種不純物を種結晶14に添加する場合にも、同様に、熱ショックによる種結晶中への転位導入が抑制され、単結晶シリコンを無転位で育成することができる。

【0077】

図6は、各種元素を種結晶14に添加した場合に、熱ショックによる種結晶中への転位導入が抑制される濃度範囲を示している。すなわち、不純物Bであれば、 $1 \times 10^{18}$  atoms/cc以上添加すればよい。これは、引上げ後に、種結晶14と着液後に新たに形成した結晶との界面部分をX線で評価したところ、種結晶14に不純物ボロンBを $1 \times 10^{18}$  atoms/cc以上添加した場合には、転位の導入がみられなかったからである。また、不純物Gaであれば、 $5 \times 10^{19}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Inであれば、 $1 \times 10^{16}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Pであれば、 $1 \times 10^{19}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Asであれば、 $5 \times 10^{19}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Sbであれば、 $1 \times 10^{19}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Geであれば、 $5 \times 10^{19}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Nであれば、 $5 \times 10^{13}$  atoms/cc以上添加すればよく、不純物Cであれば、 $8 \times 10^{16}$  atoms/cc以上添加すればよい。

【0078】

なお、上述した説明では、種結晶14のサイズとして、直径Dを例にとり許容温度差 $\Delta T_c$ を求める場合について説明したが、それ以外の種結晶14の先端面の面積等を種結晶14のサイズとして、許容温度差 $\Delta T_c$ を求めるようにしてもよい。

【図面の簡単な説明】

【0079】

【図1】 図1は実施形態の単結晶引上げ装置を示す図である。

【図 2】図 2 は種結晶と融液との温度差と、最高分解せん断応力との関係を示したグラフである。

【図 3】図 3 は種結晶直径と種結晶中の不純物濃度と許容温度差との関係を示したグラフである。

【図 4】図 4 は融液に磁場を印加した場合とそうでない場合とを比較するために行った実験結果を示した表である。

【図 5】図 5 は図 1 とは異なる単結晶引上げ装置を示す図である。

【図 6】図 6 は、種結晶に添加される各種元素と熱ショック転位が導入されない濃度範囲との関係を示した表である。

【図 7】図 7 は、ダッシュネック部を示す図である。

【図 8】図 8 は、着液後の結晶成長部を示す図である。

【符号の説明】

【 0 0 8 0 】

3 石英るつぼ

5 融液

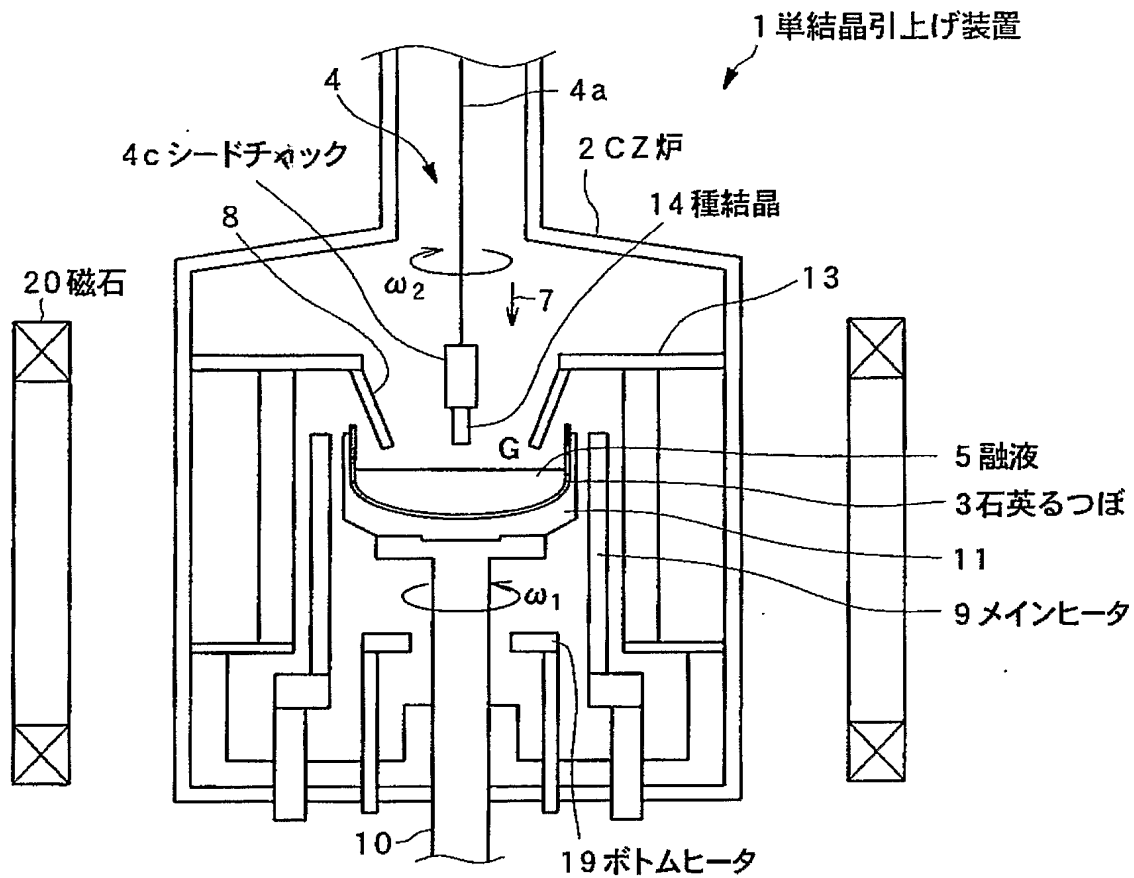
9、9 a、9 b、1 9 ヒータ

1 4 種結晶

2 0 磁石

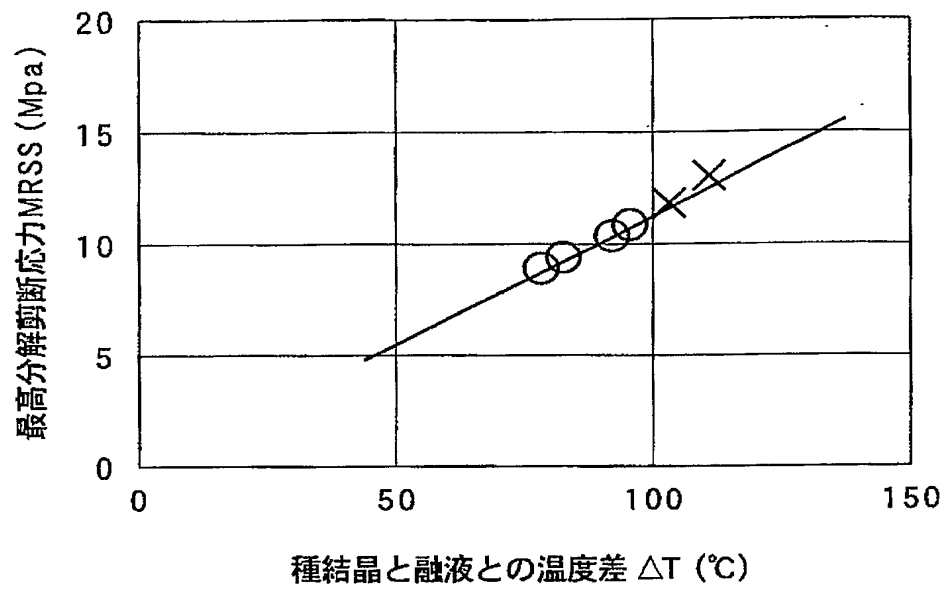
【書類名】 図面

【図 1】



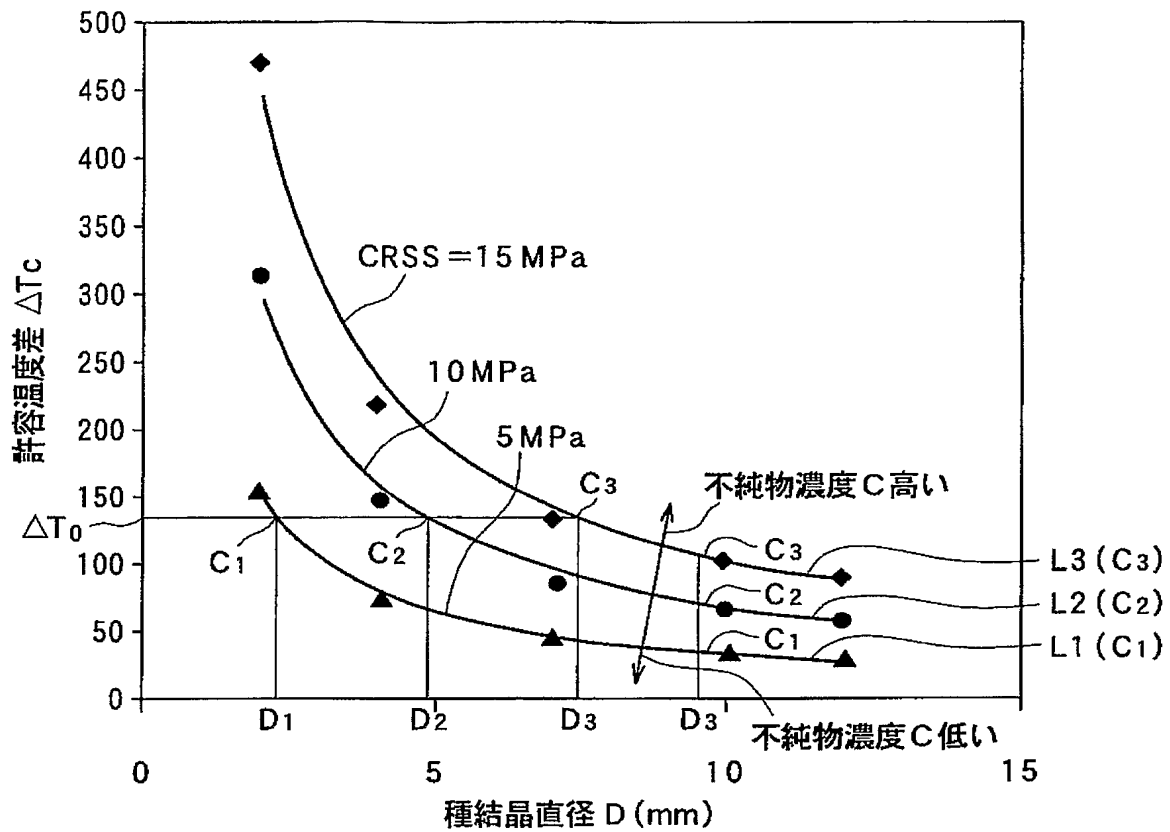
- 4 引上げ機構
- 4a 引上げ軸
- 7 アルゴンガス
- 8 熱遮蔽板
- 10 回転軸
- 11 黒鉛るつぼ
- 13 保温筒

【図 2】





【図 3】

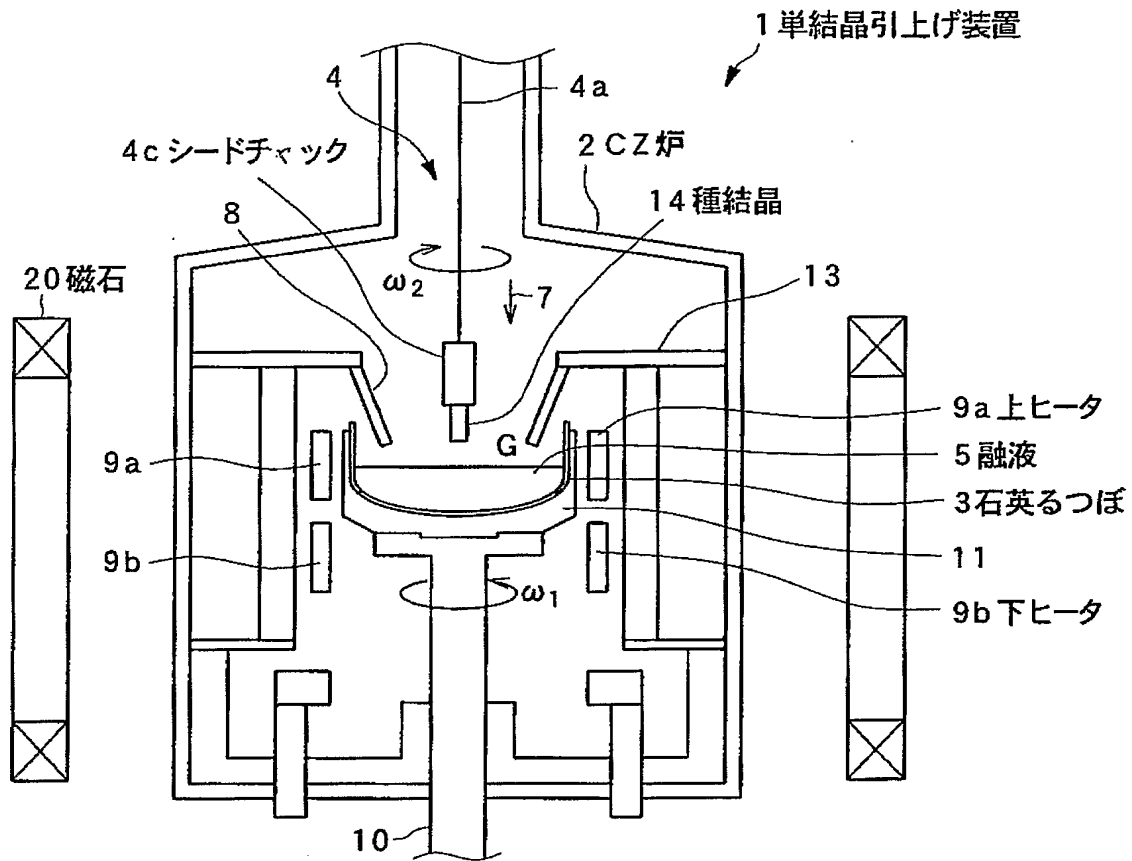


種結晶直径  $D$  と着液時、種結晶先端に印加される熱応力が  
 臨界分断剪断応力 (CRSS) を下回るための  
 種結晶先端－融液間の許容温度差  $\Delta T_c$

【図 4】

テストNo	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
磁界強度 (Gauss)	0	0	0	3000	3000	3000
ボトムヒータ投入電力 (Kw)	35	10	0	35	10	0
メインヒータ投入電力 (Kw)	105	120	138	112	126	143
種結晶と融液との温度差 $\Delta T$ (°C)	111.1	103.2	95.6	92.2	82.5	78.5
結果 (無転位:○、有転位:×)	×	×	○	○	○	○

【図 5】

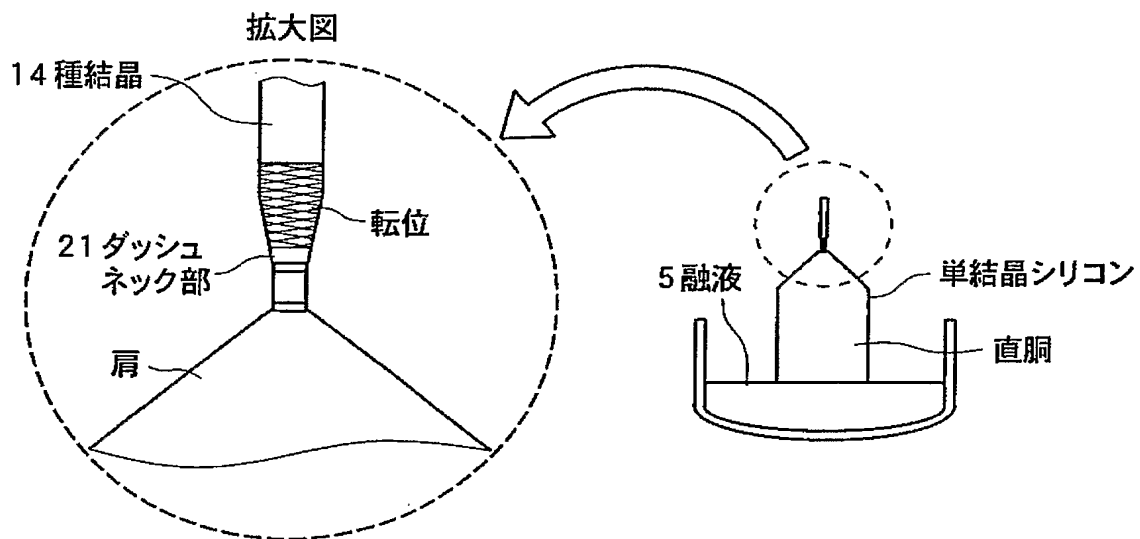


- 4 引上げ機構  
4a 引上げ軸  
7 アルゴンガス  
8 熱遮蔽板  
10 回転軸  
11 黒鉛るつぼ  
13 保温筒

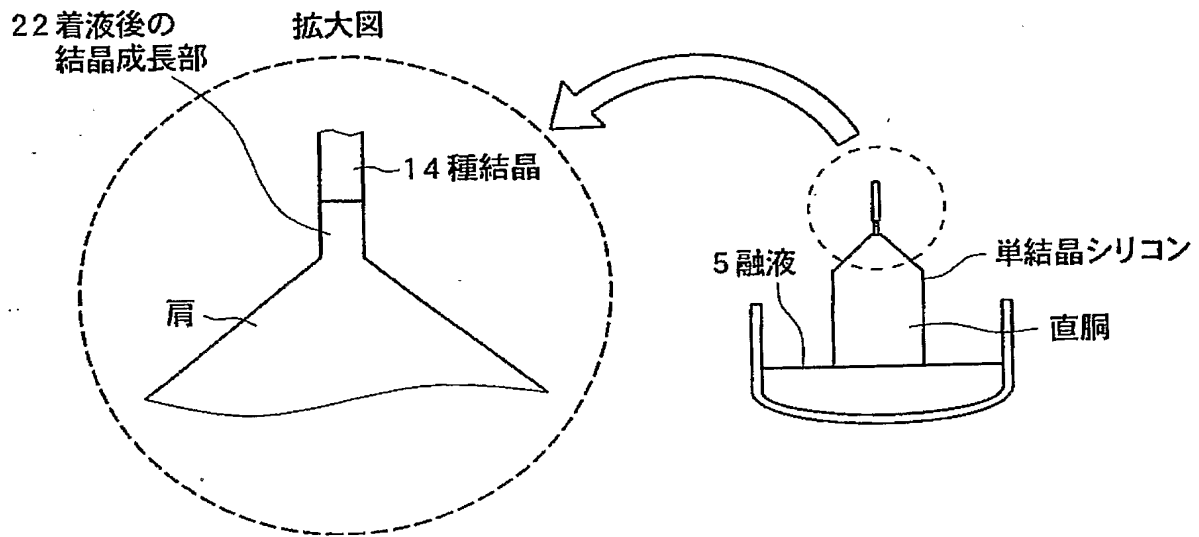
【図 6】

元素	濃度 (atoms/cc)
B	$\geq 1e18$
Ga	$\geq 5e19$
In	$\geq 1e16$
P	$\geq 1e19$
As	$\geq 5e19$
Sb	$\geq 1e19$
Ge	$\geq 5e19$
N	$\geq 5e13$
C	$\geq 8e16$

【図 7】



【図 8】



## 【書類名】 要約書

## 【要約】

## 【課題】

種結晶着液の際とその後でヒータへの投入電力を不変ないしはほぼ不変のままで、引き上げられる単結晶の無転位化を実現できるようにして、ヒータの調整作業を簡易なものとし、オペレータにかかる負担を軽減する。加えて、種結晶着液の際とその後でボトム側ヒータへの投入電力を一定レベル以上の高い値に維持したままで、引き上げられる単結晶の無転位化を実現できるようにして、引き上げられる単結晶の直径が大きく変化することを回避する。

## 【解決手段】

たとえば不純物ボロンBが、 $5 \times 10^{18}$  atoms/cc添加された直径7 mmのシリコン種結晶14が用いられる。種結晶14に添加される不純物濃度Cと、種結晶14のサイズ（直径D）とに基づいて、種結晶中に転位が導入されない許容温度差 $\Delta T_c$ が求められる（許容温度差 $\Delta T_c$ は $100^\circ\text{C}$ ）。種結晶14が融液5に着液する際に、ボトムヒータ19に投入される電力が35 Kwに固定され、磁石20によって磁場強度3000 (Gauss) の磁場（横磁場）が融液5に印加される。そして、融液5のうち種結晶14が着液する着液面が、目標温度（たとえば $1340^\circ\text{C}$ ）となるように、メインヒータ9に投入される電力が、クローズドループの制御系で制御される。このためボトムヒータ19への投入電力（Kw）、メインヒータ9への投入電力（Kw）はそれぞれ、35 (Kw)、112 (Kw) になり（図4のテスト（4））、着液時の種結晶14と融液5との温度差 $\Delta T$ が、この許容温度差 $\Delta T_c$ （ $100^\circ\text{C}$ ）以下の値（ $92.2^\circ\text{C}$ ）になる。そして、種結晶14が融液5に着液後は、ネッキング処理を行うことなく、単結晶シリコンが引き上げられる。種結晶着液後、単結晶シリコンの引き上げ中も引き続き、ボトムヒータ19への投入電力（Kw）が、着液時と同じ電力35 (Kw) に維持したまま融液5の温度が目標温度となるように、メインヒータ9に投入される電力が制御される。融液5に対しては、引き続き同じ磁場強度3000 (Gauss) の磁場が印加される。

## 【選択図】 図4

## 認定・付加情報

特許出願の番号 特願 2004-032670  
受付番号 50400211258  
書類名 特許願  
担当官 第五担当上席 0094  
作成日 平成16年 2月16日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】 平成16年 2月 9日  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000184713  
    【住所又は居所】 神奈川県平塚市四之宮3丁目25番1号  
    【氏名又は名称】 コマツ電子金属株式会社  
【代理人】 申請人  
    【識別番号】 100071054  
    【住所又は居所】 東京都中央区湊1丁目8番11号 千代ビル6階  
    木村内外国特許事務所  
    【氏名又は名称】 木村 高久  
【代理人】  
    【識別番号】 100106068  
    【住所又は居所】 東京都中央区湊1丁目8番11号 千代ビル6階  
    木村内外国特許事務所  
    【氏名又は名称】 小幡 義之

特願 2 0 0 4 - 0 3 2 6 7 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 1 8 4 7 1 3 ]

1. 変更年月日	2 0 0 1 年 2 月 1 5 日
[変更理由]	住所変更
住 所	神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号
氏 名	コマツ電子金属株式会社